

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-291230

(43)Date of publication of application : 11.11.1997

(51)Int.Cl.

C09D 5/03

C09D 5/03

(21)Application number : 08-107301

(71)Applicant : DAINIPPON TORYO CO LTD

(22)Date of filing : 26.04.1996

(72)Inventor : MASUDA SHO
OKAZAKI HARUHIKO
KOBAYASHI SHOJI

(54) PRODUCTION OF POWDER COATING MATERIAL COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the subject coating material capable of avoiding a separation phenomenon of a scaly pigment from powder in the coating, and uniformly and continuously manifesting of a coating film design by fixing the scaly pigment on the surface of resin particles of powder coating material.

SOLUTION: This powder coating material composition is obtained by dry blending (A) 100 pts.wt. of powder coating material with (B) 0.2-10 pts.wt. of scaly pigment, adjusting concentration of the blended material to $\leq 360\text{g/m}^3$ and passing the blended material through a chamber controlled in an atmosphere at $180-350^\circ\text{C}$ for $\leq 0.1\text{sec}$ to bring the scaly pigment into contact with the surface of the resin particles of the powder coating material by transferring together with the air flow having $\leq 40^\circ\text{C}$ temperature. Preferably, e.g. a polyester-urethane curing-system resin, etc., is used as the component A and aluminum flake or a pearl pigment, etc., is used as the component B.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

02.10.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3107289

[Date of registration]

08.09.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-291230

(43) 公開日 平成9年(1997)11月11日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 5/03	PNB		C 0 9 D 5/03	PNB
	PNA			PNA

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平8-107301	(71) 出願人	000003322 大日本塗料株式会社 大阪府大阪市此花区西九条6丁目1番124号
(22) 出願日	平成8年(1996)4月26日	(72) 発明者	増田 祥 愛知県岩倉市本町畑中58 102号
		(72) 発明者	岡崎 晴彦 愛知県西春日井郡師勝町熊之庄字古井178
		(72) 発明者	小林 昭二 愛知県春日井市高森台3丁目9-11
		(74) 代理人	弁理士 山下 稔平

(54) 【発明の名称】 粉体塗料組成物の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 従来の粉体塗料の優れた特性を有すると共に、優れた意匠性、塗装作業性を有する粉体塗料組成物の製造方法を提供する。特殊な薬品類や材質の装置が必要であり、また有機及び無機化合物の不純物の含有量が多く、収率も低かった。

【解決手段】 粉体塗料と鱗片状顔料をドライブレンドしたものを高温雰囲気中で通過、接触させることにより、粉体塗料の樹脂粒子表面に鱗片状顔料を固定する粉体塗料組成物の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粉体塗料と鱗片状顔料をドライブレンドしたものを高温雰囲気中で通過、接触させることにより、粉体塗料の樹脂粒子表面に鱗片状顔料を固定することを特徴とする粉体塗料組成物の製造方法。

【請求項2】 粉体塗料100重量部に対し鱗片状顔料を0.2～10重量部ドライブレンドし、ブレンド物の濃度量が、 360 g/m^3 以下で温度が 40°C 以下の気流に乗せ、 $180\sim 350^\circ\text{C}$ の雰囲気中に制御したチャンバー内を0.1秒以下の時間通過、接触させることを特徴とする請求項1記載の粉体塗料組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は粉体塗料組成物の製造方法に関するものであり、特に鱗片状顔料を使用した粉体塗料の塗装作業性を向上させることができる粉体塗料組成物を容易に製造できる方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来から、塗装面に対して意匠性を付与し、建築物、各種製品に美しい外観等を付与することを目的として、艶消し、ハンマートーン、メタリック、パールトーン、チヂミ模様等の粉体塗料が世に送り出されてきた。特に最近の粉体塗料の低温焼き付け化に伴い、非金属分野で、被塗物に金属光沢を与え得る一手法としてメタリック、パール粉体の塗装が行われていた。

【0003】しかし高い白色度を得るためには表面積の大きいアルミフレークを使用する必要があり、これを溶融混練すると混練時のシエアで鱗片状構造が潰され、高い白色度を得るのが困難であった。またドライブレンドを行うと塗装時に塗料と顔料の分離現象が生じ、被塗物に対し均一な意匠性を与えるのが困難であった。更にパール顔料になると前述の現象がより顕著に発生し意匠性に乏しい塗膜しか形成できなかった。また意匠性を発揮できたとしても塗膜上部にかけて顔料濃度が高くなり、塗膜性能の低下、手直し等による塗り重ね時の層間剥離等の問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の粉体塗料の優れた特性を有すると共に、優れた意匠性、塗装作業性を有する意匠性粉体塗料が得られる粉体塗料組成物の製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

【問題を解決するための手段】本発明者らが研究を行った結果、粉体塗料の樹脂粒子表面に鱗片状顔料を固定することにより塗装時の粉体塗料と鱗片状顔料の割合が一定でかつ塗装時の分離現象が生じないという知見を得、本発明を完成した。

【0006】すなわち本発明は、粉体塗料と鱗片状顔料をドライブレンドしたものを高温雰囲気中で通過、接触させることにより、粉体塗料の樹脂粒子表面に鱗片状顔

料を固定することを特徴とする粉体塗料組成物の製造方法である。

【0007】また本発明は、粉体塗料100重量部に対し鱗片状顔料を0.2～10重量部ドライブレンドし、ブレンド物の濃度量が、 360 g/m^3 以下で温度が 40°C 以下の気流に乗せ、 $180\sim 350^\circ\text{C}$ の雰囲気中に制御したチャンバー内を0.1秒以下の時間通過、接触させることを特徴とする上記粉体塗料組成物の製造方法である。

【0008】本発明において粉体塗料組成物とは、塗料製造用の樹脂、硬化剤、顔料及び必要に応じて加えられる添加剤を含み、粉体塗料の製造に用いる組成物をいう。本発明は従来の粉体塗料に広く適用することができる。本発明で使用する樹脂としては、従来から粉体塗料の製造に用いられている樹脂を特に制限無く使用することができる。その具体的な例を挙げると、ポリエステル-ウレタン硬化系樹脂、エポキシ-ポリエステル硬化系樹脂、エポキシ系樹脂、アクリル系樹脂、アクリル-ポリエステル系樹脂、フッ素系樹脂、アクリル-ウレタン硬化系樹脂、アクリル-メラミン硬化系樹脂、ポリエステル-メラミン硬化系樹脂があり、これらを単独ないしは必要に応じて2種以上組み合わせ使用することができる。また必要に応じてノボラック樹脂、フェノキシ樹脂、ブチラール樹脂、ケトン樹脂、ポリエステル樹脂、ロジン等の改質樹脂、エポキシ化油、ジオクチルフタレート等の可塑剤を適宜使用することができる。

【0009】本発明で用いる顔料を具体的に挙げると、二酸化チタン、ベンガラ、酸化鉄、亜鉛末粉、カーボンブラック、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、キナクリドン系顔料、アゾ系顔料、イソインドリノン系顔料、各種焼成顔料等の着色顔料、シリカ、タルク、硫酸バリウム、炭酸カルシウム、ガラスフレーク等の体質顔料がある。

【0010】添加剤としては、タレ防止剤、表面調整剤、架橋促進剤、紫外線吸収剤、光安定剤、抗酸化剤等を必要に応じて使用することができる。

【0011】本発明で使用する鱗片状顔料はアルミ、パール、MIO、雲母等が挙げられる。他にも鱗片状顔料があるがガラスフレーク等はその構造が堅牢で練合時のシエアにより構造が破壊されることがほとんど無いためメルトブレンドにより塗料化が容易に行えるので本発明に使用する必要性はあまり無い。

【0012】この場合、鱗片状顔料の配合量は粉体塗料100重量部に対し好ましくは0.2～10重量部、特に好ましくは0.5～5重量部とする。0.2重量部未満であるとその顔料による意匠性の発現が乏しくなる傾向があり、逆に配合量が10重量部を越えると吸油量が増大し成膜しにくくなる傾向がある、固定化处理の際、粉体塗料の樹脂粒子と会合して固定化し得る鱗片状顔料の量を越え、単にドライブレンドを行っただけのものに

近くなる。またドライブレンドする鱗片状顔料は樹脂や溶剤に分散を行っていないものが好ましい。

【0013】以上の粉体塗料と鱗片状顔料を所定比でかつ360g/m³以下の量を40℃以下の気流に乗せ好ましくは180～350℃、特に好ましくは250～300℃の雰囲気中に制御したチャンバー内を好ましくは0.1秒未満の時間通過させる。通過後直ちに常温にまで冷却を行い鱗片状顔料の粉体粒子への固定化を行う。通過する粉体塗料と顔料の総濃度が360g/m³を越えると固定化し得ない粒子が大量に発生する傾向がある。チャンバー内の温度が180℃未満であっても固定化し得ない粒子が大量に発生する傾向がある。逆に350℃を越えると樹脂分解が生じたり、硬化反応が進行し成膜性に悪影響を及ぼす傾向がある。また通過時間が0.1秒以上である場合は樹脂分解や硬化反応により成膜性へ悪影響を及ぼす傾向がある。

【0014】本発明の粉体塗料組成物は、静電スプレーガン、流動浸漬、摩擦帯電ガン、インモールド等で被塗物に塗装し、熱風炉、赤外炉、誘導加熱炉等で焼き付けることにより硬化塗膜を形成することができる。

【0015】

【発明の効果】本発明の粉体塗料組成物の製造方法により、樹脂粒子表面に鱗片状顔料を固定した粉体塗料を製造できることにより、塗装時、鱗片状顔料と粉体の分離現象が回避でき塗膜意匠の均一かつ連続的な発現が可能になる。また塗料保管時に振動等による塗料と顔料の分離も無い。更に粉体塗料は熔融時自己の表面張力により球形化が起り表面積が最小になり、圧力、熱の授受面積が小さくなることから貯蔵安定性の向上が図られる。更に成膜時には球形粒子から、塗装面に対し平行な面に流動し成膜する。この時、粉体の鱗片状顔料は樹脂粒子の流展と共に塗装面に対し平行に並ぶ様に動き、結果として塗面と平行な方向にその大部分を配向できる効果が大きく発揮される。よって塗膜の意匠効果は通常の粉体塗料と鱗片状顔料のドライブレンドによるものや、メルトレンド型のものよりも大きく、通常の溶剤型塗料、水系塗料のこれらの顔料を用いた塗料の塗膜とほぼ同等の外観が得られる。この結果、本発明の粉体塗料を塗装した部品と溶液型塗料を塗装した部品とを組み立てて一体の構造物としても違和感が無い製品とすることができる。

【0016】

【実施例】以下、本発明を実施例により更に詳細に説明する。なお、実施例中「部」、「%」は重量を基準とする。

（製造例1）水酸基価46mg KOH/gの熱硬化性ポリエステル樹脂（注1）80部に、イソホロンジイソシアネート（IPDI）ε-カプロラクタムブロックのポリイソシアネート樹脂（注2）16部、添加剤としてアクリルオリゴマー（注3）1部、脱泡剤としてベンゾイ

ン0.4部を熔融混練して得られたペレットを粉砕し、200メッシュで分級を行い平均粒径30μmの粉体塗料を作成した。この粉体塗料100部に対しアルミフレーク（注4）3部をドライブレンドして粉体塗料Aとし、更に固定化処理を行い粉体塗料A'を作成した。

【0017】（製造例2）エポキシ当量460g/eqの熱硬化性アクリル樹脂（注5）80部に、1,10-デカンジカルボン酸（DDA）5部、添加剤としてアクリルオリゴマー（注6）0.5部、脱泡剤としてベンゾイン0.4部を熔融混練して得られたペレットを粉砕250メッシュで分級を行い平均粒径22μmの粉体塗料を作成した。この粉体塗料100部に対しアルミフレーク（注4）4部をドライブレンドして粉体塗料Bとし、更に固定化処理を行い粉体塗料B'を作成した。

【0018】（製造例3）エポキシ当量915g/eqのエポキシ樹脂（注7）90部に、硬化剤としてアジピン酸ジヒドラジド（ADH）5部、添加剤としてアクリルオリゴマー（注3）1部、脱泡剤としてベンゾイン0.4部を熔融混練して得られたペレットを粉砕250メッシュで分級を行い、平均粒径22μmの粉体塗料を作成した。この粉体塗料100重量部に対しパール顔料（注8）4部をドライブレンドし粉体塗料Cとし、更に固定化処理を行い粉体塗料C'を作成した。

【0019】（製造例4）水酸基価46mg KOH/gの熱硬化性ポリエステル樹脂（注1）80部に、イソホロンジイソシアネート（IPDI）ε-カプロラクタムブロックのポリイソシアネート樹脂（注2）16部、添加剤としてアクリルオリゴマー（注3）1部、脱泡剤としてベンゾイン0.4部、アルミフレーク（注4）3部を熔融混練して得られたペレットを粉砕、200メッシュで分級を行い平均粒径30μmの粉体塗料Dを作成した。

【0020】（製造例5）水酸基価46mg KOH/gの熱硬化性ポリエステル樹脂（注1）80部に、イソホロンジイソシアネート（IPDI）ε-カプロラクタムブロックのポリイソシアネート樹脂（注2）16部、添加剤としてアクリルオリゴマー（注3）1部、脱泡剤としてベンゾイン0.4部を熔融混練して得られたペレットを粉砕、200メッシュで分級を行い平均粒径30μmの粉体塗料を作成した。この粉体塗料100重量部に対し、アルミフレーク（注4）0.1部をドライブレンドし固定化処理を行い、粉体塗料Eを作成した。

【0021】（製造例6）水酸基価46mg KOH/gの熱硬化性ポリエステル樹脂（注1）80部に、イソホロンジイソシアネート（IPDI）ε-カプロラクタムブロックのポリイソシアネート樹脂（注2）16部、添加剤としてアクリルオリゴマー（注3）1部、脱泡剤としてベンゾイン0.4部を熔融混練して得られたペレットを粉砕、200メッシュで分級を行い平均粒径30μmの粉体塗料を作成した。この粉体塗料100重量部に

対し、アルミフレーク（注4）11部をドライブレンドし固定化処理を行い、粉体塗料Fを作成した。

【0022】（注1）ユピカコートGV110（日本ユピカ社製商品名）

（注2）B-1530（Huls社製商品名）

（注3）モダフローパウダーIII（モンサント社製商品名）

（注4）PCF8160（東洋アルミ社製商品名）

（注5）アルマテックスPD7690（三井東圧化学社製商品名）

（注6）アクロナール4F（BASF社製商品名）

（注7）エピコート1004F（油化シェルエポキシ社製商品名）

（注8）イリオジン103WII（メルクジャパン社製商品名）

【0023】（実施例1～3及び比較例1～6）製造例1～4で得られた塗料中A'、B'、C'を実施例1～3とし、A、B、C、Dを比較例1～4とし、製造例5、6で得られた塗料E、Fを比較例5、6とする。この塗料を静電粉体塗装ガン（松尾産業社製PG-1）とSFC型定量供給器を用い、100g/minの吐出量で塗装を行い各種試験を行った。

【0024】1. 成膜性

成膜の状態を目視にて判定

○：成膜している ×：成膜していない

【0025】2. 意匠性

意匠性の有無を目視判定

○：意匠性有り △：意匠の均一性に劣る ×：意匠性なし

【0026】3. 塗装作業性

150×300mmのブリキ板に200mmの距離に固定した塗装器より毎分100gの吐出量で15秒間塗装を行い、焼き付けを行い塗膜を形成させる。できた塗板の辺縁部と中央部の状態を目視で判定する。

【0027】○：均一である ×：不均一である

【0028】4. 白色度

粉体塗料A'とDについてのみ行う。目視による判定、塗膜の白色度を比色判定。

【0029】5. 相関付着性

一度塗膜形成した上に再度塗膜を形成し、1mm角の碁盤目100ヶをカッターナイフ等で付け、テープによる引き剥ぎを行い、その残存数を測定する。（x/100）

【0030】

【表1】

使用粉体塗料	実施例			比較例					
	1 A'	2 B'	3 C'	1 A	2 B	3 C	4 D	5 E	6 F
熱硬化ポリエステル樹脂 （注1）	80			80			80	80	80
熱硬化アクリル樹脂 （注5）		80			80				
エポキシ樹脂（注7）			90			90			
ポリイソシアネート樹脂 （注2）	16			16			16	16	16
アクリルオリゴマー （注3）	1		1	1		1	1	1	1
アクリルオリゴマー （注6）		0.5			0.5				
DDA		5			5				
ADH			5			5			
ペンソイン	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
アルミフレーク	3	4		3	4		3	0.1	11
パール顔料			4			4			
固定化処理の有無	有り	有り	有り	無し	無し	無し	無し	有り	有り
1. 成膜性	○	○	○	○	○	○	○	○	×
2. 意匠性	○	○	○	△	△	△	×	×	△
3. 塗装作業性	○	○	○	×	×	×	○	○	×
4. 白色度	白っぽい	-	-	-	-	-	黒ずんでいる	-	-
5. 相関付着性	100	100	100	65	65	72	100	100	80

7

【0031】・実施例 1, 2, 3 と比較して比較例 1, 2, 3 は塗装時、塗料と顔料の分離現象が生じ、均一な意匠効果が得られていない。また相関付着性も劣る。

【0032】・実施例 1, 2, 3 と比較して比較例 4 は溶融混練時シエアによる顔料粒子の構造破壊が生じ、十分な意匠性を発揮していない。また粒子の塗膜中での配向に方向性が無く塗膜の白色度が低い。

【0033】・実施例 1, 2, 3 と比較して比較例 5 は

8

鱗片状顔料の添加量が少なく、十分な意匠性が発揮されていない。

【0034】・実施例 1, 2, 3 と比較して比較例 6 は鱗片状顔料の添加量が過剰で固定化されていない鱗片状顔料が多く存在し、成膜性に劣る。また塗装時、粉体塗料粒子、鱗片顔料の分離現象が生じ均一な意匠効果を発揮できていない。